

ppi 201502ZU4659

Esta publicación científica en formato digital es  
continuidad de la revista impresa

ISSN 0254 -0770 / e-ISSN 2477-9377 / Depósito legal pp 197802ZU38



# REVISTA TÉCNICA

## DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA

Una Revista Internacional Arbitrada  
que está indizada en las publicaciones  
de referencia y comentarios:

- REDALYC
- REDIB
- SCIELO
- DRJI
- INDEX COPERNICUS INTERNATIONAL
- LATINDEX
- DOAJ
- REVENCYT
- CHEMICAL ABSTRACT
- MIAR
- AEROSPACE DATABASE
- CIVIL ENGINEERING ABTRACTS
- METADEX
- COMMUNICATION ABSTRACTS
- ZENTRALBLATT MATH, ZBMATH
- ACTUALIDAD IBEROAMERICANA
- BIBLAT
- PERIODICA

UNIVERSIDAD DEL ZULIA



REVISTA TÉCNICA  
DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA

VOLUMEN 46

EDICIÓN CONTINUA

AÑO 2023

**Dr. Ignacio Rodríguez Iturbe - Zuliano ilustre**  
Ingeniero civil, hidrólogo profesor universitario,  
doctor honoris causa de la Universidad del Zulia,  
ciudadano ejemplar con numerosos premios nacionales e internacionales.

# Efecto de un Aditivo Natural en Trietanolamina durante el Anodizado de Aluminio 7050

Eduardo Lodato Rincón<sup>1\*</sup> , María Adriana Quintero Lodato<sup>1</sup>, Nathalie María Romero Echeto<sup>2</sup>, Oladis T. de Rincón<sup>2,3</sup> , Brendy Rincón Troconis<sup>3,4</sup> 

<sup>1</sup>Facultad de Ingeniería Química, Universidad Rafael Urdaneta, Maracaibo 4001, Venezuela.

<sup>2</sup>Centro de Estudios de Corrosión, Facultad de Ingeniería, Universidad del Zulia, Maracaibo 4001, Venezuela.

<sup>3</sup>School of Civil and Environmental Engineering, and Construction Management, University of Texas at San Antonio, San Antonio, Texas 78249, USA.

<sup>4</sup>Department of Mechanical Engineering, University of Texas at San Antonio, San Antonio, Texas 78249, USA.

\*Autor de correspondencia: [eduardolodato1998@gmail.com](mailto:eduardolodato1998@gmail.com)

<https://doi.org/10.22209/rt.v46a14>

Recepción: 20 de septiembre de 2023 | Aceptación: 11 de diciembre de 2023 | Publicación: 13 de diciembre de 2023

## Resumen

El ácido sulfúrico es el electrolito más utilizado en los procesos de anodizado; no obstante, altas concentraciones de esta sustancia son perjudiciales para el ambiente debido a los subproductos que genera. El objetivo de este estudio fue evaluar la influencia del fruto de *Caesalpinia coriaria* (dividivi) combinado con trietanolamina (TEA), en una baja concentración de ácido sulfúrico, sobre la película de óxido generada durante el anodizado de aluminio 7050 y su efecto en la adherencia de recubrimientos poliméricos. Para ello, se diseñó una celda electrolítica donde se realizó el proceso de anodización. A las probetas ya tratadas, se les aplicó un recubrimiento epóxico de aplicación aeroespacial. Finalmente, fueron caracterizadas, según: espesor de capa de óxido mediante corrientes de Eddy y prueba de adherencia “pull-off”. Se reveló que *C. coriaria* si afecta la película protectora, aumentando su espesor en una media de  $1,6 \pm 0,1 \mu\text{m}$ , con respecto a la muestra que fue tratada únicamente con TEA. De igual forma en el ensayo de adherencia, aunque se obtuvieron resultados mayores a 6.800 kPa, se concluyó que deben realizarse pruebas adicionales con adhesivos epóxicos de mayor resistencia para generar resultados precisos.

**Palabras clave:** ácido sulfúrico; aluminio anodizado; dividivi; trietanolamina.

## Effect of a Natural Additive in Triethanolamine during the Anodizing of 7050 Aluminum

### Abstract

Sulfuric acid is the main electrolyte in anodizing processes; however, high concentrations of this substance are harmful to the environment due to the byproducts it generates. The objective of this study was to evaluate the influence of the fruit of *Caesalpinia coriaria* (divi-divi) combined with triethanolamine (TEA) in a low concentration of sulfuric acid, on the oxide film generated during the anodizing of 7050 aluminum. To carry out this objective, an

electrolytic cell was designed where the anodization process was carried out. An epoxy coating for aerospace applications was applied to the already treated specimens. Finally, they were characterized according to: oxide layer thickness using Eddy currents and “pull-off” adhesion test. It was revealed that *C. coriaria* affects the protective film, increasing its thickness by an average of  $1.6 \pm 0.1 \mu\text{m}$ , with respect to the sample that was treated only with TEA. Similarly, in the adhesion test, although results greater than 6,800 kPa were obtained, it was concluded that additional tests must be carried out with higher resistance epoxy adhesives to generate accurate results.

**Keywords:** anodized aluminum; divi-divi; sulfuric acid; triethanolamine.

# Efeito de um Aditivo Natural em Trietanolamina durante a Anodização do Alumínio 7050

## Resumo

O ácido sulfúrico é o principal eletrólito nos processos de anodização; porém, altas concentrações dessa substância são prejudiciais ao meio ambiente devido aos subprodutos que gera. O objetivo deste estudo foi avaliar a influência do fruto de *Caesalpinia coriaria* (pau ferro) combinado com trietanolamina (TEA) em baixa concentração de ácido sulfúrico, no filme de óxido gerado durante a anodização do alumínio 7050. Para atingir esse objetivo, foi projetada uma célula eletrolítica onde foi realizado o processo de anodização. Um revestimento epóxi para aplicações aeroespaciais foi aplicado nas amostras já tratadas. Por fim, foram caracterizados quanto à: espessura da camada de óxido utilizando correntes parasitas e teste de adesão “pull-off”. Foi revelado que *C. coriaria* afeta a película protetora, aumentando sua espessura em média  $1,6 \pm 0,1 \mu\text{m}$ , em relação à amostra que foi tratada apenas com TEA. Da mesma forma, no teste de adesão, embora tenham sido obtidos resultados superiores a 6.800 kPa, concluiu-se que testes adicionais devem ser realizados com adesivos epóxi de maior resistência para gerar resultados precisos.

**Palavras-chave:** ácido sulfúrico; alumínio anodização; pau ferro; trietanolamina.

## Introducción

El aluminio es uno de los materiales más utilizados a nivel industrial, con gran número de aplicaciones. Una de las características más importantes de este material es que, de acuerdo a lo descrito por Rashid (2022), tiene una alta afinidad por el oxígeno. Como resultado de esto, se genera una fina capa de óxido transparente en la superficie. Este recubrimiento disminuye la velocidad de corrosión y por lo tanto, protege el sustrato metálico. De igual forma, esta película que protege al material puede ser formada artificialmente y con mayores espesores por un proceso electroquímico llamado anodización. En este, las condiciones de preparación del anodizado, como la temperatura, el pH y la composición química, así como la densidad de corriente involucrada, juegan un papel crucial, influyendo en las propiedades finales de la película de óxido resultante (Martínez-Viademonte *et al.*, 2020). De igual forma el aluminio anodizado ha sido utilizado como el principal material de construcción en los aviones de uso comercial y militar, esto se debe a sus diversas propiedades mecánicas. De esta manera la necesidad de aplicar recubrimientos poliméricos se destaca con la finalidad de evitar que el material se deteriore rápidamente. El anodizado de aluminio posee la propiedad de que en su capa porosa se genera una gran adherencia a las pinturas (Espina, 2011).

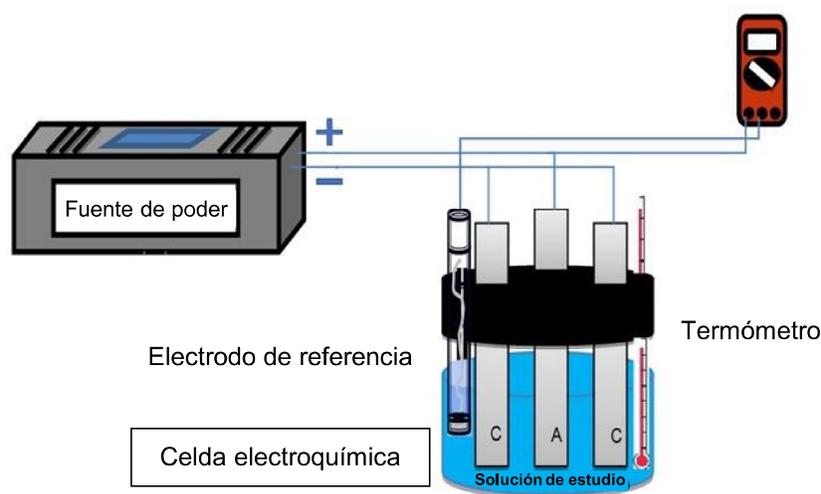
Una de las investigaciones más recientes realizada por Romero (2015), consistió en anodizar una serie de muestras con electrolitos compuestos de ácidos orgánicos y diversas sustancias naturales como aditivos, para disminuir la cantidad de ácido sulfúrico utilizada en este proceso y a su vez, mermar la dosis de subproductos nocivos para el medio ambiente que este genera. De esta forma, uno de los sistemas con mejores resultados obtenidos en su estudio con respecto al espesor de anodizado y resistencia a la corrosión fue el preparado con ácido sulfúrico, y *C. coriaria* (dividivi) en trietanolamina. Así, el objetivo principal de este trabajo consistió en evaluar la influencia de un aditivo preparado a partir del fruto de *C. coriaria* en la formación de la capa de óxido del aluminio. Para esto se llevó a cabo una serie de pruebas fisicoquímicas enfocadas en la determinación del espesor de película de óxido de aluminio, además de la fuerza de adherencia que existe entre el sustrato y el recubrimiento polimérico propuesto.

## Materiales y Métodos

El proceso utilizado para el anodizado consistió en una celda electrolytica que incluyó un rectificador Eaysa 40-50 V<sub>DC</sub>: 40 V e I<sub>DC</sub>: 5 A, como fuente de corriente externa. La celda fue monitoreada utilizando un multímetro para el registro de los voltajes; luego, los datos fueron introducidos en una hoja de cálculo de Microsoft Excel 2016, para la construcción de las gráficas de potencial vs tiempo, para cada probeta.

### Diseño de la celda

En la Figura 1 se detalla la celda utilizada, la cual estuvo conformada por los siguientes elementos: un recipiente de PVC transparente con una capacidad de 1.500 ml para poder observar la evolución de los gases, en cada electrodo, dentro de la celda electrolytica; tres electrodos de aluminio 7050 (un ánodo y dos cátodos con dimensiones de 5 cm x 5 cm x 6,5 mm); y un electrodo de referencia de Ag/AgCl para las mediciones del potencial del aluminio.



**Figura 1.** Esquema completo del sistema electroquímico utilizado para el anodizado. C: cátodo, A: ánodo.

### Tratamiento de superficie para la aplicación del anodizado

El tratamiento de superficie del aluminio es un factor fundamental para la obtención de un buen anodizado, ya que de él depende la generación de la capa de óxido resistente a la corrosión y con espesores uniformes. Los procesos utilizados para tratar la superficie de las muestras fueron: pulido, desengrasado, decapado y neutralización, de acuerdo a lo sugerido por Romero (2015).

### Definición de los parámetros de control del anodizado

La definición de los parámetros de control durante un proceso de anodizado es fundamental para el éxito del mismo, ya que, dependiendo de factores como la densidad de corriente aplicada, tiempo de aplicación y concentración/tipo de electrolito, el óxido generado cambia totalmente entre unas aplicaciones y otras. Para el caso de esta investigación, se usaron los parámetros especificados en la Tabla 1, de acuerdo a los resultados obtenidos en investigaciones anteriores de los autores. En el caso del aditivo mixto (TEA + *C. coriaria*), se preparó una solución de TEA al 4,8 % p/p de extracto del fruto de *C. coriaria*.

**Tabla 1.** Parámetros de control del anodizado durante los ensayos de laboratorio.

Densidad de corriente (A/dm <sup>2</sup> )	Tiempo de anodizado (min)	Concentración de ácido sulfúrico (% m/m)	Concentración del aditivo (ppm)
1,1	60	10	1000

### Aplicación del Recubrimiento polimérico

El recubrimiento polimérico, base epoxi, fue aplicado directamente sobre las muestras anodizadas, previa limpieza solo con alcohol; alzándose un espesor de película seca de 20  $\mu\text{m}$ , según lo establecido por la hoja técnica del producto 02GN084 elaborado por la empresa PPG.

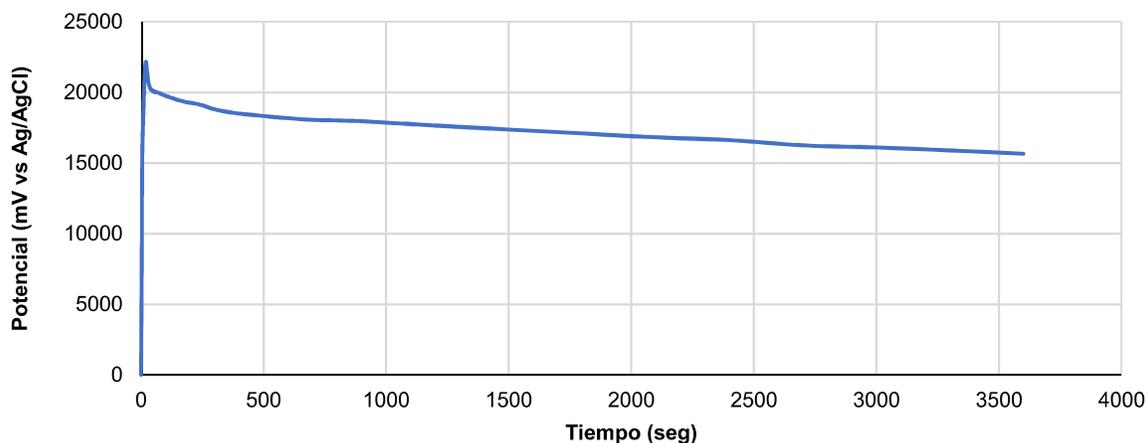
### Caracterización de las muestras de anodizado

Las mediciones de espesor fueron realizadas bajo la norma ASTM B 244-97 (1997), con un Positector 4000; mientras que la prueba de adherencia fue ejecutada mediante lo descrito en la norma ISO 4624 (2016), con un equipo Positest-AT.

## Resultados y Discusión

### Formación del anodizado de aluminio del sistema preparado con TEA y *C. coriaria*

En la Figura 2 se muestran los resultados del potencial alcanzado en el tiempo cuando se aplicó la corriente de 1,1 A/dm<sup>2</sup>; observándose que se requería un total de 22.161 mV para terminar de formar la capa barrera. También se observa un potencial de ruptura de aproximadamente 20.000 mV, donde se empieza a formar la capa porosa, debido a la baja en la resistencia iónica del óxido. Al evaluar el espesor del anodizado obtenido, se determinó un valor medio de  $9,8 \pm 0,1 \mu\text{m}$ , lo cual es satisfactorio de acuerdo a los parámetros de aplicación escogidos.

**Figura 2.** Variación de potencial vs tiempo para el sistema trietanolamina + *C. coriaria*.

### Formación del anodizado de aluminio del sistema elaborado con TEA

Los resultados obtenidos al anodizar solo con TEA, se incluyen en la Figura 3; observándose que el máximo potencial alcanzado (21.431 mV vs. Ag/AgCl) fue un poco inferior al obtenido cuando se agregó *C. coriaria* (22.161 mV vs. Ag/AgCl), siendo el potencial de ruptura (18.000 mV vs. Ag/AgCl) también inferior. Esto dio como resultado que el espesor de las muestras anodizadas con este electrolito fuese de  $8,2 \pm 0,1 \mu\text{m}$ , lo cual es  $1,6 \pm 0,1 \mu\text{m}$  inferior al obtenido con el aditivo de *C. coriaria* (Figura 2).

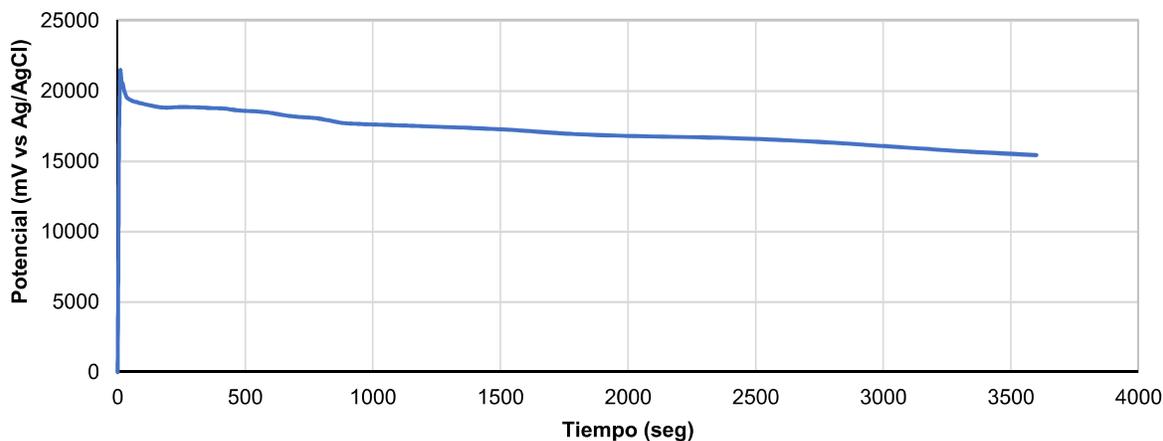


Figura 3. Variación de potencial vs tiempo para el sistema trietanolamina.

### Adherencia de los recubrimientos poliméricos sobre los sustratos anodizados

Los ensayos de adherencia realizados muestran que, para ambos sistemas, se presentó un fallo en el adhesivo epóxico al momento de pasar los 6.894,76 kPa, por lo cual fue difícil determinar el valor de la fuerza de adherencia entre el sustrato y el recubrimiento (Figura 4). Este tipo de falla se da cuando la fuerza de adherencia sustrato/polímero es mayor a la fuerza polímero/adhesivo (ISO 4624, 2016). De esta forma, se entiende que la fuerza que une al sustrato y al recubrimiento polimérico supera los 6.894,76 kPa. Para poder obtener el valor real de esta prueba es necesario optar por un adhesivo que resista una mayor presión o utilizar otra técnica como la prueba de la ampolla (Dahal *et al.*, 2023), por lo que se sugiere seguir investigando sobre la influencia del aditivo de TEA + *C. coriaria*, en los recubrimientos poliméricos aplicados sobre anodizado de aluminio.

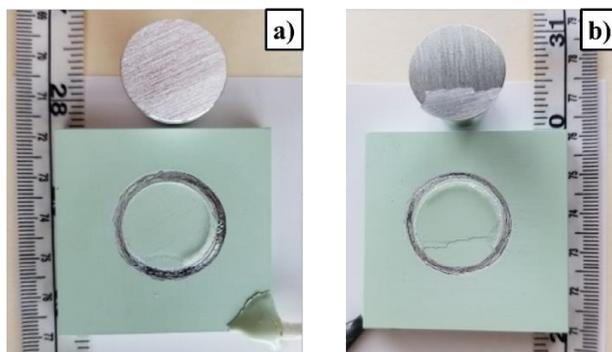


Figura 4. Fotografías de a) sistema compuesto por trietanolamina y b) sistema compuesto por trietanolamina + *C. coriaria*, luego del ensayo “pull-off”.

## Conclusiones

Los resultados obtenidos indican que el extracto de *C. coriaria* tiene un efecto significativo sobre la capa de anodizado del aluminio. El mejor anodizado, de acuerdo al espesor, fue el realizado con TEA y *C. coriaria*, ya que presentó una superioridad con respecto al sistema preparado únicamente con TEA. La falla obtenida durante el ensayo “pull-off”, está únicamente relacionada con la adherencia entre el adhesivo y el recubrimiento polimérico. La fuerza de adherencia en ambos sistemas, capa de óxido del aluminio 7050 anodizado y recubrimiento polimérico, superó los 6.894,76 kPa.

## Recomendaciones

Finalmente, se sugiere realizar una microscopía electrónica de barrido sobre las piezas de aluminio anodizado, con el fin de determinar la estructura porosa generada luego de este proceso. De igual forma, se exhorta a continuar la investigación utilizando un adhesivo de mayor resistencia, de tal forma que se puedan obtener resultados que proporcionen mayor información.

## Referencias Bibliográficas

- ASTM B 244-97. (1997). *Standard test method for measurement of thickness of anodic coatings on aluminum and of other nonconductive coatings on nonmagnetic basis metals with eddy-current instruments*. West Conshohocken: American Society of Testing Materials (ASTM).
- Dahal, D., Rincon-Tabares, J., Risk-Mora, D. Y., Rincon Troconis, B. C., Restrepo, D. (2023). Characterizing the adhesion between thin films and rigid substrates using digital image correlation-informed inverse finite elements and the blister test. *Journal of Applied Mechanics ASME*, 90(11), 111008.
- Espina, M. (2011). *Desempeño de anodizados con sustancias naturales mediante técnicas electroquímicas*. Tesis de grado. Maracaibo: Universidad del Zulia.
- ISO 4624. (2016). *Paints and varnishes pull-off test for adhesion*. Berna: International Organization for Standardization (ISO).
- Martínez-Viademonte, M., Abrahami, S. T., Hack, T., Burchardt, M., Terryn, H. (2020). A review on anodizing of aerospace aluminum alloys for corrosion protection. *Coatings*, 10(11), 1106.
- Rashid, K. (2022). *Sulfosalicylic/oxalic acid anodizing process of 5854 aluminum-magnesium alloy: Influence of sealing time and corrosion tendency*. Amsterdam: Elsevier B.V.
- Romero, N. (2015). *Uso de mezclas de ácidos/sustancias naturales amigables con el medio ambiente, en la producción de anodizado*. Tesis doctoral. Maracaibo: Universidad del Zulia.



UNIVERSIDAD  
DEL ZULIA

---

## REVISTA TECNICA

DE LA FACULTAD DE INGENIERIA  
UNIVERSIDAD DEL ZULIA

Volumen 46. Año 2023, Edición continua \_\_\_\_\_

*Esta revista fue editada en formato digital y publicada  
en diciembre 2023, por el **Fondo Editorial Serbiluz,**  
**Universidad del Zulia. Maracaibo-Venezuela***

[www.luz.edu.ve](http://www.luz.edu.ve)  
[www.serbi.luz.edu.ve](http://www.serbi.luz.edu.ve)  
[www.produccioncientificaluz.org](http://www.produccioncientificaluz.org)